

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-329701

(43)Date of publication of application : 22.12.1997

(51)Int.CI. G02B 1/10  
C08J 7/04  
C09D 5/00  
C09D175/04  
G02B 1/11  
// C08G 18/40  
C08G 18/42  
C08G 18/48  
C08G 18/61  
C08G 18/62

(21)Application number : 09-003243

(71)Applicant : HOYA CORP

(22)Date of filing : 10.01.1997

(72)Inventor : SAKAMOTO TAKESHI  
HIROSE YOSHIAKI  
SUGIMURA MITSUO

## (54) PRIMER COMPOSITION FOR PLASTIC LENS

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a primer compsn. for a plastic lens capable of contributing to an improvement in the impact resistance of the plastic lens having a silicon cured layer and an antireflection layer and the adhesion property between a plastic lens base material and the cured layer by applying the compsn. to the surface of the plastic lens base material, then drying the coating prior to the formation of the cured layer and the inorg. antireflection layer at the time of the production.

SOLUTION: This compsn. is used for forming a primer layer on the plastic lens base material prior to the formation of the cured layer consisting of a silicon resin and the inorg. antireflection layer on the surface of the cured layer. In such a case, the compsn. consists of a urethane soln. composed of an active hydrogen-contg. compd. selected from alkylene glycols, polyalkylene glycols, poly(alkylene adipates), poly-&epsil;-caprolactone, polybutadiene glycols, poly(alkylene carbonates) or silicone polyol and polyisocyanate.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 10.01.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 08.12.1998

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2956629

[Date of registration] 23.07.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 10-20367

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 22.12.1998

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-329701

(43)公開日 平成9年(1997)12月22日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
G 02 B 1/10			G 02 B 1/10	Z
C 08 J 7/04			C 08 J 7/04	E
C 09 D 5/00			C 09 D 5/00	D
175/04			175/04	
G 02 B 1/11			C 08 G 18/40	

審査請求 有 発明の数1 O.L (全8頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平9-3243  
 (62)分割の表示 特願平4-75238の分割  
 (22)出願日 昭和61年(1986)12月4日

(71)出願人 000113263  
 ホーヤ株式会社  
 東京都新宿区中落合2丁目7番5号  
 (72)発明者 坂本 武  
 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内  
 (72)発明者 広瀬 恵朗  
 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内  
 (72)発明者 杉村 光男  
 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内  
 (74)代理人 弁理士 中村 静男 (外2名)

(54)【発明の名称】 プラスチックレンズ用プライマー組成物

## (57)【要約】

【課題】 シリコン系硬化層及び反射防止層を有するプラスチックレンズの製造に際し、この硬化層及び無機反射防止層を設ける前にプラスチックレンズ基材表面に塗布、硬化することにより、プラスチックレンズの耐衝撃性、およびプラスチックレンズ基材と硬化層との密着性を改善することができるプラスチックレンズ用プライマー組成物を提供する。

【解決手段】 シリコン系樹脂よりなる硬化層及この硬化層の表面に無機反射防止層を設けるに先立ち、プラスチックレンズ基材表面上にプライマー層を設けるために用いられる、プラスチックレンズ用プライマー組成物であって、アルキレングリコール類、ポリアルキレングリコール類、ポリ(アルキレンアジペート)類、ポリ-ε-カプロラクトン、ポリブタジエングリコール類、ポリ(アルキレンカーボネート)類又はシリコーンポリオールから選ばれる活性水素含有化合物とポリイソシアネートとのウレタン溶液からなることを特徴とするプラスチックレンズ用プライマー組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】シリコン系樹脂よりなる硬化層及びこの硬化層の表面に無機反射防止層を設けるに先立ち、プラスチックレンズ基材表面上にプライマー層を設けるために用いられる、プラスチックレンズ用プライマー組成物であって、

アルキレングリコール類、ポリアルキレングリコール類、ポリ(アルキレンアジペート)類、ポリ-ε-カプロラクトン、ポリブタジエングリコール類、ポリ(アルキレンカーボネート)類又はシリコーンポリオールから選ばれる活性水素含有化合物とポリイソシアネートとのウレタン溶液からなることを特徴とするプラスチックレンズ用プライマー組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、プラスチックレンズ用プライマー組成物に関し、詳しくは、硬化層及び反射防止膜を有するプラスチックレンズの製造に際し、プラスチックレンズの耐衝撃性、およびプラスチックレンズ基材と硬化層との密着性を改善するために設けられるプライマー層として好適なプライマー組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】プラスチックレンズは軽量、耐衝撃性、易加工性、染色性などの長所があり、光学材料、とりわけ眼鏡レンズの分野で近年急速に普及しつつある。さらに、表面硬度が不十分なために傷がつきやすいといった欠点の改良あるいは像や物体のチラツキの原因となる表面反射を抑えることでレンズに高付加価値を付与することを目的とした表面改質が既に数多く提案され、それによってますますプラスチックレンズの市場は拡大しつつある。例えば、前者の表面硬度の改善についてはシリコン系硬化膜を設けることにより、また後者の表面反射の改善では無機物質をレンズ表面に蒸着し反射防止膜を設けることにより、高硬度または反射防止能を有するプラスチックレンズも提供されている。しかし、シリコン系硬化層や無機反射防止膜を設ける場合にはプラスチックレンズの耐衝撃性を低下させる難点があり、とりわけ、この2者の膜を同時に施したプラスチックレンズにおいては耐衝撃性の低下はいっそう顕著になり、改善が望まれている。

【0003】また、プラスチックレンズ基材にシリコン系硬化層を施す場合にシリコン系硬化層とプラスチックレンズ基材との密着性を改善することが従来大きな課題となっており、このためプラスチックレンズ基材にプラズマ照射などのエッティング処理を施したり、プラスチックレンズ基材とシリコン系硬化層との間にプライマー層を設けるなどの方法によりプラスチックレンズ基材の表面改質が行なわれており、後者のプライマーコートによる表面改質の従来技術としては、例えば、プライマー組成物としてエポキシ化合物を用いる方法(特開昭60-

214301号公報)、アクリルおよび/またはメタクリル系化合物と芳香族ビニル化合物を主成分とするプライマー組成物を用いる方法(特開昭60-214302号公報)、アクリルポリオールと多官能有機イソシアネート化合物からなるプライマー組成物を用いる方法(特開昭61-114203号公報)などがある。

## 【0004】

【発明の解決しようとする問題点】上述の如く、シリコン系硬化層のコーティングによる表面硬度向上や無機反射防止膜のコーティングによる表面反射の改善に伴なう問題点の一つにプラスチックレンズの長所である耐衝撃性の低下があり、この問題は、前述の従来技術の如くプライマー層を設けた後にシリコン系硬化膜を施し、さらに無機反射防止膜を施したプラスチックレンズにおいても解決されない。この点を更に詳説すると、特開昭60-214302号公報に開示されている、アクリル系および/またはメタクリル系化合物と芳香族ビニル化合物を主成分とするプライマー組成物を用いる方法ではプライマー層形成のためにエマルジョンを用いており、このエマルジョン配合には水を使用するため、プライマーの乾燥時に水の残留や乾燥時間に長時間を要する等の問題がある。また、プラスチックレンズ基材にシリコン系硬化層さらに無機反射防止膜を施した場合、密着性は良好であるが、レンズの中心厚が2.0mm未満で耐衝撃性について米国FDA規格を満足させるのは難しい。また特開昭60-214301号公報に開示されている方法では、プライマー層形成材料としてエポキシ化合物を用いており、このエポキシ化合物はエポキシ硬化触媒の存在下に加熱することによりはじめてプライマー層となるものであるので、硬化時間に長時間を要する。また、このプライマー層を設けた後にシリコン系硬化層を設け、さらに無機反射防止膜を設けたプラスチックレンズは耐薬品性、シリコン系硬化層とレンズ基材との密着性向上など優れた特性をもつものの、耐衝撃性は向上されていない。

【0005】さらに特開昭61-114203号公報に開示されている方法では、プライマー層を施した後、シリコン系硬化層を施し、さらに無機反射防止膜を施したプラスチックレンズが耐摩耗性、耐薬品性、耐熱水性、耐擦傷性等の向上は認められるものの、耐衝撃性はあまり向上されない。

【0006】以上詳述したように従来のプライマーコートによる表面改質方法では、密着性、耐薬品性、耐摩耗性において効果が認められるものの、耐衝撃性は依然として解決せず、このためシリコン系硬化層と無機反射防止膜を有するプラスチックレンズはプライマー層を設けた場合にも米国FDA規格によるメガネレンズの耐衝撃性テストに合格させるためにマイナスレンズの場合、レンズの中心厚を2.0mm以上にする必要があり、このことはレンズのコバ厚を増大させ、レンズが重くなるなど

の原因となり、外観が損なわれ、実用上も好ましくない。

【0007】従つて本発明の目的は、シリコン系硬化層及び反射防止膜を有するプラスチックレンズの製造に際し、この硬化層及び無機反射防止膜を設ける前にプラスチックレンズ基材表面に塗布、硬化することにより、プラスチックレンズの耐衝撃性、およびプラスチックレンズ基材と硬化層との密着性を改善することができるプラスチックレンズ用プライマー組成物を提供することにある。

#### 【0008】

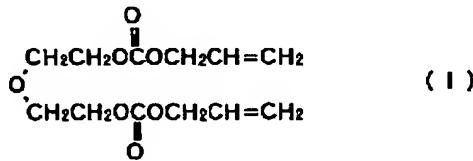
【問題点を解決するための手段】本発明者らは、前記の目的を達成するために検討を重ねた結果、アルキレングリコール類、ポリアルキレングリコール類、ポリ(アルキレンアジペート)類、ポリ-ε-カプロラクトン、ポリブタジエングリコール類、ポリ(アルキレンカーボネート)類又はシリコーンポリオールから選ばれる活性水素含有化合物とポリイソシアネートとのウレタン溶液を含む組成物を、プラスチックレンズ基材表面に塗布、硬化してプライマー層を形成した後、シリコン系硬化層及び無機反射防止膜を設けると、プラスチックレンズの耐衝撃性、およびプラスチックレンズ基材と硬化層との密着性を改善することができることを見い出した。

【0009】従つて本発明は、シリコン系樹脂よりもなる硬化層及びこの硬化層の表面に無機反射防止膜を設けるに先立ち、プラスチックレンズ基材表面上にプライマー層を設けるために用いられる、プラスチックレンズ用プライマー組成物であつて、アルキレングリコール類、ポリアルキレングリコール類、ポリ(アルキレンアジペート)類、ポリ-ε-カプロラクトン、ポリブタジエングリコール類、ポリ(アルキレンカーボネート)類又はシリコーンポリオールから選ばれる活性水素含有化合物とポリイソシアネートとのウレタン溶液からなることを特徴とするプラスチックレンズ用プライマー組成物を要旨とするものである。

【0010】以下、本発明を更に詳細に説明する。

【0011】本発明のプライマー組成物が塗布されるプラスチックレンズ基材としては、公知の任意のプラスチックレンズが用いられるが、

#### 【化1】



によって示されるジエチレングリコールビスアリルカーボネートを重合することによって得られたものが好ましく用いられる。式(1)の単量体の重合に際して必要に応じて光安定剤、酸化防止剤等の公知の添加剤や共重合

可能な他の単量体を添加しても良い。式(1)の単量体の重合方法は特開昭57-44686号公報に詳細に開示されている。

【0012】本発明のプライマー組成物は活性水素含有化合物とポリイソシアネートとのウレタン溶液を含む。ここで活性水素含有化合物としては、エチレングリコール、1, 2-プロピレングリコール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、1, 6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、ジプロピレングリコール、ジエチレングリコールなどのアルキレングリコール類；ポリプロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリテトラメチレングリコールなどのポリアルキレングリコール類；ポリ(ジエチレンアジペート)、ポリ(テトラメチレンアジペート)、ポリ(ヘキサメチレンアジペート)、ポリ(ネオペンチレンアジペート)などのポリ(アルキレンアジペート)類；ポリ-ε-カプロラクトン；ポリ(1, 4-ブタンジエン)グリコール、ポリ(1, 2-ブタンジエン)グリコールなどのポリブタジエングリコール類；ポリ(ヘキサメチレンカーボネート)などのポリ(アルキレンカーボネート)類；シリコーンポリオール等が挙げられるが、その他の公知の活性水素含有化合物の使用も可能である。

【0013】ポリイソシアネートの例としては、トリレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、4, 4'-ジエニルメタンジイソシアネート、1, 5-ナフタレンジイソシアネート、3, 3'-ジメチル-4, 4'-ジエニルジイソシアネートなどの芳香族系ジイソシアネート、；1, 6-ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、4, 4'-ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、1, 3-ビス(イソシアナトメチル)シクロヘキサン、トリメチルヘキサメチレンジイソシアネートなどの脂肪族系ジイソシアネートが挙げられる。さらにポリイソシアネートとして、前記特開昭61-114203号公報に記載された水添キシリレンジイソシアネート；ヘキサメチレンジイソシアネートのピウレット結合体、あるいはイソシアヌレート結合体；ヘキサメチレンジイソシアネートとトリメチルプロパンとの反応アダクト体；2-イソシアネートエチル-2, 6-ジイソシアネートヘキサノエート；1, 6, 11-ウンデカントリイソシアネート；イソホロンジイソシアネートとトリメチロールプロパンとの反応アダクト体；キシリレンジイソシアネートとトリメチロールプロパンとの反応アダクト体；ビス(イソシアネートメチル)シクロヘキサンとトリメチロールプロパンとの反応アダクト体などのいわゆるブロック型ポリイソシアネートを用いることができる。

【0014】本発明のプライマー組成物は、活性水素含有化合物とポリイソシアネートとのウレタン溶液からなる。ここにウレタン溶液とは、活性水素含有化合物とポリイソシアネートとの混合物であっても良く、また重合

物であっても良い。ここに「混合物」とは、活性水素含有化合物とポリイソシアネートとが重合する前の状態の混合物を意味し、この混合物を含む溶液をプラスチックレンズ基材表面に塗布、硬化すると重合が起り、ポリウレタン樹脂からなるプライマー層が形成される。一方、「重合物」とは活性水素含有化合物とポリイソシアネートとが重合して得られたポリウレタン樹脂を意味し、この重合物を含む溶液をプラスチックレンズ基材表面に塗布、硬化すると、ポリウレタン樹脂からなるプライマー層が形成される。

【0015】プライマー組成物における必須成分として、活性水素含有化合物とポリイソシアネートとの混合物を用いるか重合物を用いるかは、活性水素含有化合物およびポリイソシアネートの種類により、適宜決定される。すなわち、活性水素含有化合物とポリイソシアネートが熱硬化性ポリウレタン樹脂を与えるものであれば、混合物を用い、プラスチックレンズ基材上で加熱してプライマー層を形成することが好ましい。また両モノマーが熱可塑性ポリウレタン樹脂を与えるものであれば重合物を用い、この重合物を含む溶液を基材上に塗布乾燥してプライマー層を形成することが好ましい。

【0016】本発明のプライマー組成物をプラスチックレンズ基材表面上に塗布して得られたプライマー層の膜厚は0.01～30μmであるのが好ましい。0.01μm未満では耐衝撃性向上の効果があまり大きくなく、30μmを超えるとレンズに塗布した時の面精度が低下する。特に好ましくは1～20μmである。

【0017】本発明のプライマー組成物は活性水素含有化合物とポリイソシアネートとのウレタン溶液を塗布に適した濃度に希釈して使用されるが、希釈に用いられる溶媒としては炭化水素類、ハロゲン化炭化水素類、アルコール類、ケトン類、エステル類、エーテル類が挙げられ、その他の公知の溶剤の使用も可能である。特に好ましいものは、トルエン、酢酸エチル、メチルエチルケトン、テトラヒドロフランであるが、これらは単独で用いてもよいし、2種以上の混合溶剤として用いても良い。活性水素含有化合物とポリイソシアネートとの混合物を用いる場合には、これらと反応しない溶剤を用いるのが好ましい。また、塗布性の改善を目的とした各種レベリング剤あるいは耐候性の向上を目的とした紫外線吸収剤や酸化防止剤さらに染料や顔料、その他膜の性能や機能を高める公知の添加剤を併用することができる。プライマー組成物の塗布方法はスピナー法、ディツピング法、その他公知の方法の中から適宜選択すればよい。プライマー層を形成するのには、本発明のプライマー組成物を、プラスチックレンズ基材表面に塗布したのち、30℃～200℃、好ましくは60℃～150℃の範囲の任意の温度で加熱すればよい。用いる溶剤により異なるが、1～60分の加熱で所望のプライマー層が形成される。プライマー組成物として、活性水素含有化合物とポ

リイソシアネートとの混合物を含む組成物を用いた場合には、これらのモノマーが加熱によりプラスチックレンズ基材上で重合してポリウレタン樹脂が形成され、加熱による溶剤の揮散も相伴なって、ポリウレタン樹脂からなるプライマー層が形成される。

【0018】一方、プライマー組成物として、活性水素含有化合物とポリイソシアネートとの重合物（ポリウレタン樹脂）を含む組成物を用いた場合には、加熱により溶剤が揮散してポリウレタン樹脂からなるプライマー層が形成される。

【0019】本発明のプライマー組成物を用いてプライマー層を形成した後、このプライマー層上に、これに限定されるものではないが、例えば一般式

【化2】



（ここでR<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>は各々アルキル基、アルケニル基、アリル基、またはハロゲン基、エポキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基あるいはシアノ基を有する炭化水素基であり；R<sup>3</sup>は炭素数が1～8のアルキル基、アルコキシアルキル基、アシル基、フェニル基であり；mおよびnは0または1である）で表わされる有機ケイ素化合物および／またはその加水分解物、及びコロイダルシリカ（粒径1～100μm）からなるコーティング組成物を被覆硬化せしめてシリコン系硬化層を設ける。

【0020】これら有機ケイ素化合物の具体的な代表例としては、メチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、フェニルメチルジメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス（β-メトキシエトキシ）シラン、ビニルトリアセトキシシラン、アーチリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、アーチリシドキシプロピルトリメトキシシラン、アーメルカブトプロピルトリメトキシシラン、グリシドキシメチルトリメトキシシラン、グリシドキシメチルトリエトキシシラン、グリシドキシメチルトリブロキシシランまたはその加水分解物が挙げられるが、その他の公知の化合物の使用も可能である。これらの有機ケイ素化合物は単独または2種以上併用して用いることが可能である。

【0021】コロイダルシリカは、粒径1～100μmのシリカ微粒子、さらに好ましくは、粒径5～40μmのシリカ微粒子を、メタノール、エタノール、n-ブタノール等のアルコール、水等の溶剤に分散させたものである（特開昭60-214302号公報参照）。このケイ素系組成物の硬化は、組成物のみの加熱および／または乾燥、紫外線照射あるいは電子線照射などによって達

成しうるが、硬化促進、低温硬化などを目的とした、各種の硬化剤を併用してもよい。硬化剤の具体的な代表例としては、各種の有機酸およびそれらの酸無水物、窒素含有有機化合物、各種金属錯化合物あるいは金属アルコキシド、炭酸塩などの各種塩が挙げられる。特に好ましくは金属錯塩であり、これらは単独で用いてもよいし、2種以上併用することも可能である。

【0022】これをコーティングする方法はプライマー組成物のコーティング方式と同様にスプレー法、ディッピング法、スピナー法などの公知の方法から適宜選択すれば良い。この硬化反応は加熱により進行し硬化膜を形成するが、80℃～150℃熱風中30分～240分硬化すると良い。

【0023】本発明のプライマー組成物をプラスチックレンズ基板上に塗布、硬化して得られたプライマー層上に硬化層を設けて得られたプラスチックレンズは、耐衝撃性およびプラスチックレンズ基材と硬化層との密着性に優れている。

【0024】有機ケイ素系組成物を被覆硬化させた後、単層または多層の反射防止膜を設ける。反射防止膜形成に用いる物質としては、無機物質であり、金属、金属あるいは半金属の酸化物、フッ化物、ケイ化物、ホウ化物、炭化物、窒化物、硫化物等があげられる。具体的には、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{SiO}$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sb}_2\text{O}_5$ 、酸化タンタルなどの金属酸化物、 $\text{MgF}_2$ などのフッ化物等である。

【0025】前記物質から構成される単層または多層の無機反射防止膜を形成させる方法としては、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法、イオンビームアシスト法などがあげられる。

【0026】上で得られた反射防止膜付きプラスチックレンズは、反射防止性の他に耐久性のある高硬度表面を有し、プライマー層による耐衝撃性の向上がなされたことから眼鏡用レンズその他の光学物品として好ましく用いられる。

### 【0027】

【実施例】本発明をより明確にするため以下に実施例を掲げるが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお例中の部数及び%は重量による。

### 【0028】 [実施例1]

#### (1) プラスチックレンズ基材の製造

ジエチレングリコールビスアリルカーボネート150部、パーロイルIPP(日本油脂(株)製ジイソプロピルバーオキシジカルボネート)5部を混合攪拌し、次にこの混合液の不溶物をフィルターで除去し、濾液をエチレン/エチルアクリレート共重合樹脂の成型されたガスケットと二枚のガラスモールドで作られる鋳型中に注入した。次に40℃で4時間、40℃から65℃まで直線的に10時間、65℃から85℃まで直線的に5時間、85℃で2時間加熱を行なつた後ガスケットとガラスモ

ールドを分離した。更に得られたレンズを130℃で2時間アニーリング処理し、レンズ内部の歪を取り除いた。このようにして得られたレンズは内部歪のない光学用のプラスチックレンズとして良好なものであつた。以下において、これをプラスチックレンズ基材として用いた。

#### 【0029】 (2) 本発明のプライマー用組成物の調製および塗布硬化

市販のポリウレタンLQ3510[三洋化成(株)製、固形分濃度30% (ポリアルキレンアジペート使用)]をトルエン/IPA(イソプロピルアルコール) (混合比2/1) 混合溶剤で固形分濃度10%に希釀する。次に、この溶液50部に攪拌下ゆつくり、シリコン系界面活性剤(日本ユニカ(株)製L-7002)0.03部を加えてプライマー組成物とした。

【0030】このプライマー組成物を、(1)で得られたプラスチックレンズ基材上に浸漬法(引き上げ速度10cm/min)にて塗布した。塗布した基材レンズは120℃で30分間加熱硬化処理して基材上に膜厚8.0μmのプライマー層を形成させた。

#### 【0031】 (3) シリコン系コーティング用組成物の調製および塗布硬化

アーチリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン150部を10℃に冷却、攪拌しながら、これに0.05規定塩酸18部を30分間かけて滴下した。つづいてメタノール分散コロイダルシリカ(平均粒子径12±1μ、固形分30%)350部を攪拌しつつ液に滴下し、滴下終了後、10℃にてさらに一晩攪拌した。この液にメチルセロソルブ52部、イソプロピルアルコール208部、n-ブタノール104部、シリコン系界面活性剤(日本ユニカ(株)製L-7002)2部を添加混合し、充分攪拌した後、シリコン系コーティング用組成物とした。

【0032】前記(2)で得た、プライマー層を有するプラスチックレンズ基材のプライマー層上に前記コーティング用組成物をプライマー組成物の場合と同様にして塗布した。塗布後、120℃で3時間加熱硬化させてシリコン系樹脂よりなる硬化層を形成させて、プライマー層および硬化層を有するプラスチックレンズを得た。

#### 【0033】 (4) 反射防止膜の形成

前記(3)によつて得られたプライマー層および硬化層を有するプラスチックレンズの硬化層上に無機物質である $\text{ZrO}_2$ / $\text{SiO}_2$ の混合物(光学的膜厚 $nd = \lambda/2$ )、 $\text{ZrO}_2$ ( $nd = \lambda/2$ )、 $\text{SiO}_2$ ( $nd = \lambda/4$ )を順次真空蒸着法で多層被覆させて、プライマー層、硬化層および反射防止膜を有するプラスチックレンズを得た。

#### 【0034】 (5) 試験および評価結果

前記(3)および(4)でそれぞれ得られたプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズの性能評価

は、次に述べる方法で行なつた。

【0035】(A) 外観

肉眼観察でレンズの透明度、面精度が良好でかつ塗膜に欠陥のないものを合格(○)とし、そうでないものを不合格(×)とした。

【0036】(B) スチールウール硬度

#0000のスチールウールで塗面をこすり、傷つき具合を評価した。判定基準は、

a: 強く摩擦しても傷がつかない。

【0037】b: 強く摩擦すると少し傷がつく。

【0038】c: 弱く摩擦しても傷がつく。

【0039】d: 爪で簡単に傷がつく。

【0040】(C) 密着性: 硬化膜とレンズ基材或いは反射防止膜と硬化膜の密着性は、JIS D-0202に準じてクロスカットテープ試験法によつて行つた。即ち、鋼ナイフを用い、基材の塗布面に1mmのマス目を100個形成する。次に、その上にセロハン粘着テープ(商品名セロテープ、ニチバン(株)製)を強くおしつけた後に、90度方向に急速にはがし、塗膜の剥離の有無を調べた。

【0041】(D) 耐衝撃性: FDA規格に基づき、鋼球落下試験を行つた。即ち、約16.4gの鋼球を127cmの高さから、レンズ中心部へ向かつて自然落下させ、割れないものを合格とした。尚、本試験に用いたレンズの中心厚はすべて1.2mmのものとした。

【0042】本実施例で得られたプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズの評価結果を表-1に示す。2種の複合膜付きプラスチックレンズは同一の評価結果であり、外観、耐擦傷性、耐衝撃性、密着性に優れていた。耐衝撃性、密着性に優れた結果が得られたのは、本発明のプライマー組成物を用いて、プラスチックレンズ基材表面上に予め特定のポリウレタン樹脂からなるプライマー層を形成した後、硬化層を形成したからである。

【0043】【実施例2】プライマー組成物として、固形分濃度5%のポリウレタン樹脂溶液を用いた以外はすべて実施例1と同様にしてプライマー層、硬化膜付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。試験結果は表-1に示す。

【0044】【実施例3】実施例1で用いたLQ3510のかわりに市販ポリウレタンLQ3505【三洋化成(株)製、固形分濃度30% (ポリアルキレンアジペート使用)】を用い、トルエン/IPA(混合比2/1)混合溶剤で固形分5%になるように希釈して得たポリウレタン樹脂溶液をプライマー組成物として用いた以外はすべて実施例1と同様にしてプライマー層、硬化膜付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に

試験した。試験結果は表-1に示す。

【0045】【実施例4】市販のポリウレタンE380

【日本エラストラン(株)製(ポリ(アルキレンカーボネート)使用)】を用いテトラヒドロフランを加えてプライマー濃度を3%に調整して得たポリウレタン樹脂溶液をプライマー組成物として用いた以外はすべて実施例1と同様にしてプライマー層、硬化膜付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。試験結果は表-1に示す。

【0046】【実施例5】市販のポリウレタンE580

【日本エラストラン(株)製(ポリε-カプロラクトン使用)】を用いテトラヒドロフランを加えてプライマー濃度を3%に調整して得たポリウレタン樹脂溶液をプライマー組成物として用いた以外はすべて実施例1と同様にしてプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。試験結果は表-1に示す。

【0047】【実施例6】市販のポリウレタンSP-2

5【三洋化成(株)製、固形分濃度30% (ポリε-カプロラクトン使用)】を用い、メチルエチルケトンを加えてプライマー濃度を5%に調整して得たポリウレタン樹脂溶液をプライマー組成物として用いた以外はすべて実施例1と同様にしてプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。試験結果は表-1に示す。

【0048】【実施例7】プライマー組成物の濃度を7%

に調整し、プライマー組成物を塗布するのにあたり、一回のみでなく、乾燥後同様に浸漬法で塗布し、また乾燥するこの一連の操作を繰り返して行い、2回の重ね塗りをした以外は実施例4と全く同様にしてプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。試験結果は表-1に示す。

【0049】【実施例8】実施例1で用いた市販のポリウレタンのかわりに下記の製法によつて得られたポリウレタンを用い、このポリウレタンを固形分濃度10%になるように、テトラヒドロランで希釈して得たポリウレタン溶液をプライマー組成物として用いた以外はすべて実施例1と同様にしてプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得た。

【0050】ポリウレタンの製法

「ポリオールとしてテラタン3000(デュポン社製ポリエーテルグリコール)108部及びジエチレングリコール38部を、またイソシアネートとしてヘキサメチレンジイソシアネートを用い、これらをNCO/OH比1.0となるように混合した。その後、混合物をトルエ

ン溶剤で固形分30%となるように希釈した後、90℃で一晩攪拌し反応を完結させ、常法により後処理して目的とするポリウレタンを得た。」

得られたプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを実施例1と同様に試験し、表-1に示す結果を得た。

【0051】【実施例9】プライマー組成物の固形分濃度を1%とし、塗布するのにあたり、浸漬法でなくスピナー法を用いた。まずプラスチックレンズ凸面にプライマー組成物0.5μlを滴下し、回転数3000rpmにて30秒間回転させた。塗布したレンズ基材は50℃で5分間加熱処理して乾燥させた。乾燥したこのプライマー層に同様にプライマー組成物を塗布し、乾燥を施すこの一連の操作を繰り返し行い、5回の重ね塗りをし、最後の乾燥は120℃で10分間行つた。それ以外は実施例1と全く同様にしてプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。試験結果は表-1に示す。

【0052】【比較例1】スチレン/ブチルアクリレート/ヒドロキシエチルメタクリレート/アクリル酸(10/100/2/5混合比)の4元共重合体(この4元共重合体は、アクリルポリオールであり、本発明で用いられる活性水素含有化合物に含まれない。)とヘキサメチレンジイソシアネートをNCO/OH比2/1で混合し、メチルイソブチルケトン/酢酸エチル(50/50混合比)で希釈して得た固形分10%の溶液をプライマー組成物として用い、これをプラスチックレンズ基材表面上に塗布し、加熱処理を行なってポリウレタン硬化膜を形成せしめた以外はすべて実施例1と同様にしてプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。試験結果は表-1に示す。

【0053】【比較例2】実施例1の(2)で述べたプライマー層を施さない以外は、実施例1と同様にして硬化層付きプラスチックレンズおよび硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。試験結果は表-1に示す。

【0054】【実施例10】

#### (1) プラスチックレンズの製造

ジエチレングリコールビスアリルカーボネート150部、メチルメタクリレート15部、パーオイルIPP(日本油脂(株)製ジイソプロピルパーオキシカルボネート)5.5部を混合攪拌し、次にこの混合液の不溶物をフィルターで除去し、濾液をエチレン/エチルアクリレート共重合樹脂の成型されたガスケットと二枚のガラスモールドで作られる鋳型中に注入した。次に30℃から40℃まで直線的に6時間、40℃から50℃まで直線的に4時間、50℃から70℃まで直線的に5時間、

70℃から85℃まで直線的に2時間、85℃で1時間の加熱を行なつた後ガスケットとガラスモールドを分離した。更に得られたレンズを120℃で2時間アニーリング処理しレンズ内部の歪を取り除いた。このようにして得られたレンズは内部歪のない光学用のプラスチックレンズとして良好なものであつた。

【0055】得られたプラスチックレンズ基材上に実施例7と同一のプライマー組成物を実施例7と同様に塗布、硬化させてプライマー層を形成させた。次いで実施例7と同様に実施してプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。試験結果は表-1に示す。

【0056】【実施例11】ジエチレングリコールビスアリルカーボネート150部、メチルメタアクリレート40部、パーオイルIPP(日本油脂(株)製ジイソプロピルパーオキシカルボネート)6部を混合攪拌し、次にこの混合液の不溶物をフィルターで除去し、濾液をエチレン/エチルアクリレート共重合樹脂の成型されたガスケットと二枚のガラスモールドで作られる鋳型中に注入してプラスチックレンズ基材を得た。得られたプラスチックレンズ基材表面に実施例10と同一のプライマー組成物を塗布、硬化させてプライマー層を形成させた。その後、実施例10と同様に実施してプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。結果は表-1に示す。

【0057】【実施例12】ジエチレングリコールビスアリルカーボネート150部、メチルメタアクリレート15部、ジエチレングリコールジアクリレート3部、パーオイルIPP(日本油脂(株)製ジイソプロピルパーオキシカルボネート)6部を混合攪拌し、次にこの混合液の不溶物をフィルターで除去し、濾液をエチレン/エチルアクリレート共重合樹脂の成型されたガスケットと二枚のガラスモールドで作られる鋳型中に注入してプラスチックレンズ基材を得た。得られたプラスチックレンズ基材表面に実施例10と同一のプライマー組成物を塗布、硬化させてプライマー層を形成させた。その後、実施例10と同様に実施してプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。結果は表-1に示す。

【0058】【実施例13】ポリオールとしてテラタン3000(デュポン社製ポリエーテルグリコール)108部及びジエチレングリコール38部を、またイソシアネートとしてヘキサメチレンジイソシアネートを用い、これらをNCO/OH比1.0となるように混合した。さらに、固形分20%となるようにトルエンで希釈した。これをプライマー組成物として用いた以外はすべて実施例1と同様にしてプライマー層、硬化層付きプラス

チックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。

【0059】 [実施例14] ポリオールとしてプラスセル L-220AL (ダイセル社製、ポリ-ε-カプロラクトンのポリオール) 及びイソシアネートとしてヘキサメチレンジイソシアネート用い、これらをNCO/OH比1.0となるように混合した。さらに、固形分20

%となるようにトルエンで希釈した。これをプライマー組成物として用いた以外はすべて実施例1と同様にしてプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層、反射防止膜付きプラスチックレンズを得、実施例1と同様に試験した。

【0060】

【表1】

表-1

	ポリウレタン樹脂	外 壁	スチール ワール	密着性	耐衝撃性	プライマー層 膜厚 (μm)
実施例 1	LQ3510	○	a	100/100	○	8.0
2	LQ3510	○	a	100/100	○	3.0
3	LQ3505	○	a	100/100	○	3.0
4	E380	○	a	100/100	○	1.0
5	E580	○	a	100/100	○	1.0
6	SP-25	○	a	100/100	○	3.0
7	E380	○	a	100/100	○	21.0
8	実施例8で調製したもの	○	a	100/100	○	3.0
9	LQ3510	○	a	100/100	○	1.0
比較例 1	-	○	a	100/100	×	1.0
2	-	○	a	100/100	×	-
3	LQ3505	○	a	100/100	×	0.004
4	LQ3510	×	c	100/100	○	41.0
実施例10	E380	○	a	100/100	○	21.0
11	E380	○	a	100/100	○	21.0
12	E380	○	a	100/100	○	21.0
13	実施例13で調製したもの	○	a	100/100	○	8.0
14	実施例14で調製したもの	○	a	100/100	○	8.0

【0061】 表-1より、実施例1~14で得られたプライマー層、硬化層付きプラスチックレンズおよびプライマー層、硬化層および反射防止膜付きプラスチックレンズは、いずれも外観、耐擦傷性、耐衝撃性、密着性に優れていた。特に耐衝撃性、密着性に優れた結果が得られたのは、本発明のプライマー組成物を用いて、プラスチックレンズ基材表面上に予め特定のポリウレタン樹脂からなるプライマー層を形成した後、硬化層を形成したからである。

【0062】

【発明の効果】 本発明のプラスチックレンズ用プライマー組成物は、シリコン系樹脂よりなる硬化層及び無機反射防止膜を有するプラスチックレンズの製造に際し、この硬化層及び反射防止膜を設けるに先立ち、プラスチックレンズ基材表面に塗布、硬化することにより、プラスチックレンズの耐衝撃性、およびプラスチックレンズ基材と硬化層との密着性を改善することができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6	識別記号	府内整理番号	F I	技術表示箇所
// C 0 8 G 18/40		C 0 8 G	18/42	Z
18/42			18/48	Z
18/48			18/61	
18/61			18/62	
18/62		G 0 2 B	1/10	A